





MATERIAL HAVING LOW SURFACE ENERGY

Patent number: JP7188416
Publication date: 1995-07-25
Inventor: SANTOKU ESU BAADESHIYA; JIYOOJI JIEI HIIKUSU;
 AANORUDO DABURIYUU HENRII; DEIBUITSUDO
 EICHI PAN; RUISU DEII FURATANJIERO; ROBAATO
 EMU FUAAGASON
Applicant: XEROX CORP
Classification:
 - **International:** C08G77/442; B65H5/06; C08F8/26; C08L27/12;
 C08L83/05; C09J7/02; B65H27/00
 - **European:** C08G77/442; C09D183/10; G03G15/20H2D1;
 G03G15/20H2P2
Application number: JP19940278744 19941114
Priority number(s): US19930155351 19931122

Also published as:

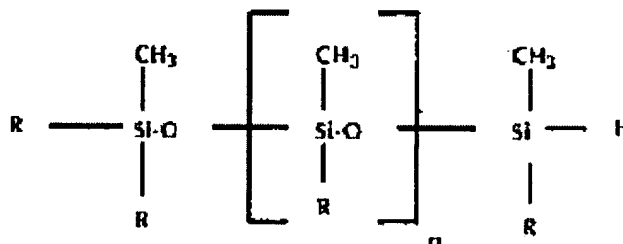
 EP0654494 (A1)
 US5480938 (A1)
 BR9404660 (A)
 EP0654494 (B1)

Report a data error here

Abstract not available for JP7188416

Abstract of corresponding document: **EP0654494**

A low surface energy material comprising a
 volume grafted elastomer which is a substantially
 uniform integral interpenetrating network of a
 hybrid composition of a fluoroelastomer and a
 polyorganosiloxane, said volume graft having
 been formed by dehydrofluorination of said
 fluoroelastomer by a nucleophilic
 dehydrofluorinating agent, followed by a
 hydrosilation reaction, addition of a hydrogen
 functionally terminated polyorganosiloxane and a
 hydrosilation reaction catalyst.



Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

Low surface energy material

Patent Number: ☐ EP0654494, B1

Publication date: 1995-05-24

Inventor(s): BADESHA SANTOKH S (US); HEEKS GEORGE J (US); HENRY ARNOLD W (US); PAN DAVID H (US); FRATANGELO LOUIS D (US); FERGUSON ROBERT M (US)

Applicant(s): XEROX CORP (US)

Requested
Patent: ☐ JP7188416

Application
Number: EP19940117854 19941111

Priority Number
(s): US19930155351 19931122

IPC
Classification: C08G77/42; G03G15/20; C09D183/10

EC
Classification: C08G77/442, C09D183/10, G03G15/20H2D1, G03G15/20H2P2

Equivalents: ☐ BR9404660, CA2132472, DE69417154D, DE69417154T, ☐ US5480938

Cited
Documents: EP0492416; EP0507468; EP0492402; EP0455470; US5337129; US5340679; EP0619532; EP0619533

Abstract

A low surface energy material comprising a volume grafted elastomer which is a substantially uniform integral interpenetrating network of a hybrid composition of a fluoroelastomer and a polyorganosiloxane, said volume graft having been formed by dehydrofluorination of said fluoroelastomer by a nucleophilic dehydrofluorinating agent, followed by a hydrosilation reaction, addition of a hydrogen functionally

terminated polyorganosiloxane and a hydrosilation reaction catalyst. 

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-188416

(43) 公開日 平成7年(1995)7月25日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 G 77/442	NUK			
B 6 5 H 5/06		C		
C 0 8 F 8/26	MGX			
C 0 8 L 27/12	LFG			
83/05	LR Y			

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全9頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-278744

(22) 出願日 平成6年(1994)11月14日

(31) 優先権主張番号 08/155351

(32) 優先日 1993年11月22日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590000798

ゼロックス コーポレイション

XEROX CORPORATION

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14644

ロチェスター ゼロックス スクエア

(番地なし)

(72) 発明者 サントク エス バーデシャ

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14534

ピッツフォード ブロムリー ロード

48

(74) 代理人 弁理士 中村 稔 (外7名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低表面エネルギー材料

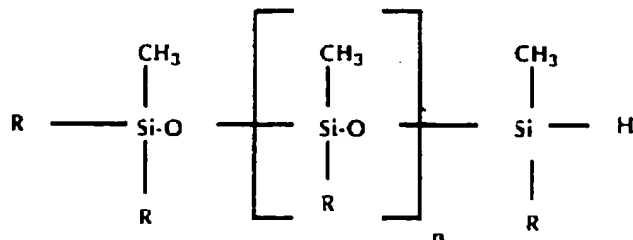
(57) 【要約】

【目的】 低表面エネルギー材料、特に、定着機部材として有用な低表面エネルギー材料を提供することを目的とする。

【構成】 フルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンとのハイブリッド化合物の実質的に均一な一体化相互浸透性ネットワークである容量グラフト化エラストマーを含み、このグラフト化物を上記フルオロエラストマーの求核性脱フッ化水素剤による脱フッ化水素およびその後の水素官能性末端ポリオルガノシロキサンとヒドロシラン反応触媒との付加によるヒドロシラン化反応によって調製することを特徴とする低表面エネルギー材料。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 フルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンとのハイブリッド化合物の実質的に均一な一体化相互浸透性ネットワークである容量グラフト化エラストマーを含み、このグラフト化物を上記フルオロエラストマーの求核性脱フッ化水素剤による脱フッ化水素およびその後の水素官能性末端ポリオルガノシロキサンとヒドロシラン化反応触媒との付加によるヒドロシラン化反応によって調製することを特徴とする低表面エネルギー*



(式中、Rは、水素；19個未満の炭素原子を有するアルキル、アルケニルまたはアリール；またはアミノ、ヒドロキシ、メルカプトまたは19個未満の炭素原子を有するアルキルまたはアルケニル基で置換したアリール基であり；nは、2～350である。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、とりわけ定着機部材として使用するための低表面エネルギー材料、静電写真複写装置内でのトナー像の定着方法および定着機部材の製造方法に関する。特に、本発明は、好ましくは定着ロール、圧力ロールまたは剥離剤供給ロールの形であり得る定着機部材に関する。

【0002】

【従来の技術】典型的な静電写真複写装置においては、コピーすべき原紙の光像を感光性部材上に静電潜像の形で記録させ、次いで、この潜像を通常トナーと称せられる検電性熱可塑性樹脂粒子を塗布することによって可視像とにする。その時、この可視トナー像は、ゆるやかな粉末形状であり、容易に攪乱または破壊し得る。トナー像は、上記の感光性部材自体または平坦紙のような他の支持シートであり得る支持体上に通常固定即ち定着させる。トナー像を支持部材上に定着させるための熱エネルギーの使用は周知である。検電性トナー材料を熱により支持体表面上に永久的に定着させるためには、トナー材料成分が凝集し粘着性となる点までトナー材料の温度を上昇させることが必要である。この加熱により、トナーをある程度まで支持部材の繊維または孔中に流入せしめる。その後、トナー材料が冷却するとき、トナー材料が固化し、トナー材料は支持体に強固に結合される。

【0003】典型的には、上記の熱可塑性樹脂粒子は、トナー中で使用する特定の樹脂の軟化範囲によるが、約90～約160℃またはそれ以上の温度に加熱することによって基体上に定着させる。しかしながら、基体の温

*材料。

【請求項 2】 上記フルオロエラストマーがポリ(フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン)およびポリ(フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン-テトラフルオロエチレン)からなる群から選ばれる請求項1記載の低表面エネルギー材料。

【請求項 3】 上記ポリオルガノシロキサンが下記の式を有する請求項1記載の低表面エネルギー材料：

【化1】

度を実質的に約200℃以上に上げることは、基体がそのような昇温下では変色する傾向にあるので、特に基体が紙である場合望ましくない。検電性トナー像を熱定着させるための幾つかの試みが従来技術において開示されている。これらの方法は、種々の手段：圧接させたロール対、ロールと圧接させたベルト部材等によって実質的に同時に加熱加圧することを含む。加熱は、ロールの一方または両方、プレート部材またはベルト部材を加熱することによって行い得る。トナー粒子の定着は、熱、圧力および接触時間の適切な組合せを与えた場合に生ずる。トナー粒子の定着を行うためのこれらのパラメーターの均衡化は、当該技術において周知であり、各パラメーターは、特定の装置または処理条件に合わせるように調整し得る。

【0004】加熱してトナー粒子を支持体上に熱定着させる定着装置の操作においては、トナー像と支持体の両方をロール対、プレートまたはベルト部材間に形成された間隙に通す。この間隙内での熱の同時移行と加圧により、トナー像を支持体上に定着させる。定着処理においては、支持体から定着機部材へのトナー粒子のオフセットが通常の操作において生じないことが重要である。定着機部材上へのトナー粒子のオフセットは、その後装置の他の部分にまたは次のコピーサイクルの支持体上に移行して、バックグラウンドを増大させるかあるいはそこへコピーさせる材料に干渉し得る。いわゆる“ホットオフセット”は、トナーの温度がトナー粒子が液化する点まで上昇し定着操作中に熔融トナーの分裂が生じて一部が定着機上に残存する場合に生ずる。ホットオフセット温度またはホットオフセット温度の低下は、定着機ロールの剥離特性の尺度であり、従って、低表面エネルギーを有して必要な剥離特性を与える定着表面を提供することが望まれている。定着機ロールの良好な剥離特性を確立し維持するには、定着操作中に剥離剤を定着機ロールに塗布することが慣用となっている。典型的には、これ

らの剥離剤を、例えば、シリコンオイルの薄膜として塗布してトナーオフセットを防止している。

【0005】特に好ましい定着装置は、円筒状圧力ロールを後接させた定着表面を有してその間に定着間隙を形成させた円筒状定着機ロールの形を有する。剥離剤供給ロールも設置して剥離剤を定着機ロールに給送する。これらのロールの各々の特にその機能表面の物理的性質および性能特性は、所望する定着装置の種々の特性により正確に同じではないが、典型的には、同じ種類の材料を静電写真プリンティングシステムの定着装置内の各ロール（1個以上）において用いている。最も初期の最も成功した定着装置の1つは、シリコンエラストマー供給ロールにより定着機ロールに給送できるシリコンオイル剥離剤を塗布したロールのようなシリコンエラストマー定着表面の使用を含んでいた。そのような装置において用いるシリコンエラストマーおよびシリコンオイル剥離剤は、多くの特許に記載されており、Heeks等の米国特許第4,777,087号にかなり集約的に開示されている。極めて低表面エネルギーを有する定着表面を与えて定着操作中にトナーが定着機ロールから完全に剥離することを確立することにおいては十分に成功裏にあるけれども、これらの装置は、定着環境下での時間経過につれて物理的性質の有意の劣化を被る。特に、シリコンオイルは、シリコンエラストマー定着機部材の表面に浸透してエラストマー本体の膨潤を生じ、基体からのエラストマーの脱離、崩壊および廃棄に至るエラストマーの軟化と強靱性の低下、装置の汚染と剥離剤の不均一な供給のような重要な機械的欠損を引き起こす。さらにまた、米国特許第4,777,087号に記載されているように、シリコンエラストマーの物理的性質のさらなる劣化が、昇温下でのとりわけ定着機ロールの酸化架橋から生ずる。

【0006】定着システムのより最近の進展は、金属含有充填材を含む定着表面を有する定着機部材としてのフルオロエラストマーの使用を含む（上記金属含有充填材は官能基を有する高分子剥離剤と反応し、上記官能基はフルオロエラストマー表面の金属含有充填材と反応する）。そのような定着システム、定着部材および剥離剤は、Lentz等の米国特許第4,264,181号、Lentzの米国特許第4,257,699号およびSeanorの米国特許第4,272,179号に記載されている。典型的には、これらのフルオロエラストマーは、(1) フッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンとのコポリマー、および(2) フッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンとのターポリマーである。商業的に入手し得る材料には、E. I. デュポン社の商品名バイトン(Viton) E430、バイトン GF および他のバイトン表示物、並びに3M社のフルオレル(Fluorel) 材料がある。これらの材料用の好ましい硬化系は、加熱およびその後のコポリマーの塩基性脱フッ化水素に

より共有架橋ネットワークポリマーを形成させるビスフェノール架橋剤を含む求核系である。そのような定着機部材の例は、ビスフェノール硬化剤で硬化させたポリ（フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン）コポリマーを含みその中に酸化鉛充填材を分散させ剥離剤としてメルカプト官能性ポリオルガノシロキサンオイルを用いたアルミニウムベースの部材である。その定着システムにおいては、上記の高分子剥離剤は、定着機部材表面のエラストマーまたは樹脂材料中に分散させた金属含有充填材と反応する官能基（化学反応性官能基とも称する）を有して熱可塑性樹脂トナーを剥離しかつ熱可塑性樹脂トナーのエラストマー材料自体との接触を防止する熱安定性フィルムを形成する。定着機部材表面上のエラストマーまたは樹脂中に分散させた金属酸化物、金属塩、金属合金または他の適当な金属化合物充填材は、上記高分子剥離剤の官能基と反応する。好ましくは、金属含有充填材は、官能基を有する高分子剥離剤の劣化を生ぜずあるいは高分子剥離剤になんらの悪影響を及ぼさないものである。この金属含有充填材を含むエラストマーと官能基を有する高分子剥離剤間の反応故に、優れた剥離と高画質コピーの生産が高速度の静電写真複写装置においても得られる。

【0007】好ましいエラストマーはフルオロエラストマーであり、最も好ましいフルオロエラストマーは、モノマーとしてヘキサフルオロプロピレンとテトラフルオロエチレンを含有するフッ化ビニリデン系フルオロエラストマーである。最も好ましいフルオロエラストマーの2つは、(1) バイトン Aとして商業的に公知のフッ化ビニリデンとヘキサフルオロプロピレンとのコポリマー群、および(2) バイトン Bとして商業的に公知のフッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンとのターポリマー群である。バイトン A、バイトン Bおよび他のバイトン表示は、E. I. デュポン社の商品名である。他の商業的に入手し得る材料には、3M社のフルオレル(Fluorel)、バイトン GH、バイトン E60C、バイトン B 910およびバイトン E 430がある。好ましい硬化系は、加熱およびその後のコポリマーの塩基性脱フッ化水素により共有架橋ネットワークポリマーを形成させるビスフェノール架橋剤を含む求核系である。求核性硬化系には、オルガノホスホニウム塩促進剤もある。求核系で硬化し得る商業的に入手し得るフルオロエラストマーポリマーの幾つかは、バイトン E60C、バイトン B 910、バイトン E 430、バイトン A、バイトン B、およびバイトン GH である。定着機部材と反応して検電性熱可塑性樹脂トナーに対して優れた剥離特性を有する熱安定性で継続性の自己浄化性層を形成する高分子剥離剤の使用は、Imperial等の米国特許第4,029,827号、Strella等の米国特許第4,101,686号、およびStrella等の米国特許第4,185,140号に記載されている。詳細には、米国特許第

4, 029, 827号は、剥離剤としてメルカプト官能性を有するポリオルガノシロキサンの使用に関する。米国特許第4, 101, 686号および第4, 185, 140号は、剥離液としての、カルボキシ、ヒドロキシ、エポキシ、アミノ、イソシアネート、チオエーテルおよびメルカプト基のような官能基を有する高分子剥離剤に関する。

【0008】これらの定着システムでのメカニズムは完全には理解されていないけれども、官能基を有するある種の高分子液体を金属酸化物、金属塩、金属、金属合金または他の適当な金属化合物を分散させたエラストマー表面を有する定着部材の表面に塗布した場合、上記エラストマー内の充填材の金属イオンと上記官能基を有する高分子液体との間で反応（化学反応、配位複合化、水素結合または他のメカニズム）が生じて、液体または流体形状の上記高分子剥離剤が定着機の表面上に残存する優れた性質を有する剥離用表面を与えることが観察されている。そのメカニズムを無視しても、エラストマー表面上で、エラストマーの組成および官能基を有する高分子剥離剤の組成とは異なるフィルムの形成があるようである。しかしながら、このフィルムは、トナーよりも金属化合物含有エラストマーに対して親和性を有し、従って、エラストマー表面上に優れた剥離コーティングを与える。この剥離コーティングは、加熱トナーとトナーを塗布する基体間の接着力とトナーの凝集力よりも小さい凝集力を有する。高分子剥離剤の官能基と金属含有エラストマーの金属イオン間の反応は、金属含有充填材内の金属の臨界的なまたは高表面エネルギーの全体的な減縮をもたらす。上記のフルオロエラストマーは、定着環境での経過時間に亘って強靱性と強度を維持する長期の磨耗寿命を典型的に有する点で優れた機械的および物理的性質を有するけれども、極めて費用高な官能性剥離剤と一緒にしか使用できず、費用高な反応性金属含有充填材も含有させねばならない。典型的には、例えば、官能性剥離剤は、通常非官能性シリコンオイル剥離剤の4倍程高価である。

【0009】種々の試みは、上記の定着システムの各々の利点を組合せてなされている。Badesha等の米国特許第5, 141, 788号は、硬化させたフルオロエラストマー外層を有する支持基体を含み、該外層が上記硬化フルオロエラストマーの表面にフルオロエラストマー用の脱フッ化水素剤の存在下にグラフトさせかつ水素、ヒドロキシ、アルコキシ、アミノ、エポキシ、ビニル、アクリルまたはメルカプト基からの活性官能基を有するポリオルガノシロキサンの薄い表面層を有する定着機部材を開示している。Badesha等の米国特許第5, 166,

031号は、容量グラフト化（volume-grafted）エラストマーの外層を有する支持基体を含み、該容量グラフト化エラストマーが求核性脱フッ化水素剤によるフルオロエラストマーの脱フッ化水素剤によるアルケンまたはアルキン官能性末端ポリオルガノシロキサンと重合開始剤の添加による付加重合とによるフルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンとのハイブリッド化合物の実質的に均一な一体化相互浸透性ネットワークである定着機部材を開示している。

【0010】

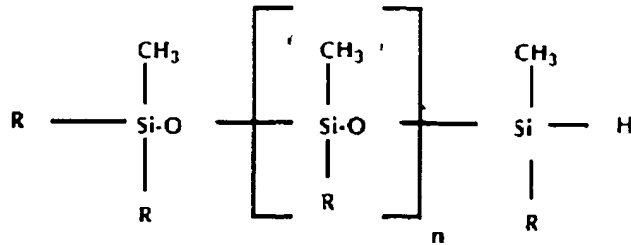
【発明が解決しようとする課題】本発明は、上述の米国特許第5, 166, 031号に開示された容量グラフト化エラストマーの代替物に関する。さらに詳細には、本発明は、炭素-炭素結合よりはむしろ、炭素-炭素結合よりも化学的および熱的に安定であるケイ素-炭素結合を有し、反応性の小さい特に熱的および化学的劣化に対して感受性の小さい容量グラフト化エラストマーに関する：ケイ素-炭素結合は炭素-炭素結合よりもかなり熱安定性であり、定着機におけるような高温用途において有利である。同様に、ケイ素-炭素結合は、炭素-炭素結合に比し、トナー添加剤による化学侵食に対しても安定である。また、ケイ素-炭素結合は、熱と化学侵食の両方に暴露されたときも良好に挙動するであろう。さらに、炭素およびケイ素系成分間の結合は、炭素-炭素結合成分間の結合よりも強く、製造において安価なシロキサンを用い得る。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の基本的な局面においては、本発明の低表面エネルギー材料、定着機部材および該材料を用いた定着装置は、フルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンのハイブリッド化合物の実質的に均一な一体化相互浸透性（interpenetration）ネットワークである容量グラフト化エラストマーの外層を有し、該容量グラフト化物は、最初のフルオロエラストマーの求核性脱フッ化水素剤による脱フッ化水素およびその後の末端水素官能性ポリオルガノシロキサンとヒドロシラン化（hydrosilation）反応触媒の添加によるヒドロシラン化反応による2工程方法において調製される。本発明のさらなる局面においては、上記のフルオロエラストマーは、ポリ（フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン）およびポリ（フッ化ビニリデン-ヘキサフルオロプロピレン-テトラフルオロエチレン）からなる群から選ばれる。

【0012】本発明のさらなる局面においては、上記のポリオルガノシロキサンは、下記の式を有する：

【化2】



(式中、Rは、水素、19個未満の炭素原子を有するアルキル、アルケニルまたはアリール、またはアミノ、ヒドロキシ、メルカプトまたは19個未満の炭素原子を有するアルキルまたはアルケニル基で置換したアリール基であり；nは、2〜350である。)

【0013】“容量グラフト化物”なる用語は、フルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンとの構造と組成の両方が定着機部材の種々のスライス面を通して実質的に均一であるハイブリッド化合物の実質的に均一な浸透性ネットワークを定義するものとする。“相互浸透性ネットワーク”なる用語は、フルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンポリマーの各ストランドが相互に絡み合っているヒドロシラン化反応マトリックスを定義するものとする。“ハイブリッド化合物”なる用語は、ランダムに配列したフルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンを含む容量グラフト化合物を定義するものとする。

【0014】本発明の典型的な定着機部材を、図1に示すような定着機アセンブリに関連して説明する。図1においては、参照数字1は、アルミニウム、陽極化アルミニウム、スチール、ニッケル、銅等の任意の適当な金属から製造した中空シリンダーまたはコアでありその中空部分内に挿入しシリンダーと共に延長している適当な加熱要素6を有する適当なベース部材4上のエラストマー表面2を含む定着機ロールを示す。バックアップまたは圧力ロール8は、定着機ロール1と共作動して、コピー紙または他の基体12が通過してその上のトナー像14が定着機ロール1のエラストマー表面2と接触するような間隙即ち接触アーク10を形成する。図1で示すように、バックアップロール8は、エラストマー表面または層18を有する硬質スチールコア16を有する。溜め20は、室温では固形または液体であり得るが操作温度では流体である高分子剥離剤22を含有する。高分子剥離剤22をエラストマー表面2に塗布するための図1で示す実施態様においては、図示した方向に回転可能に取付けた2個の剥離剤給送ロール17および19を用いて剥離剤22を溜め20からエラストマー表面に移す。図1に示すように、ロール17は、溜め20内に1部浸漬しており、その表面上で剥離剤を溜め20から給送ロール19に移す。計量ブレード24を用いて、高分子剥離剤液体を、まず給送ロール19に次いでエラストマー2にサブミクロンから数ミクロンの厚さ範囲のコントロールされた厚さで塗布し得る。即ち、計量装置24により、

約0.1〜2μmまたはそれ以上の厚さの剥離液体をエラストマー2の表面に塗布し得る。

【0015】本発明の低表面エネルギー材料は、多くの用途において有用であるけれども、特に、適当な基体に熱可塑性トナー像を定着させるのに用いるロール、ベルト、平坦表面または他の適当な形状であり得る定着機部材としての用途を有する。本材料は、好ましくは円筒状ロールの形で定着機部材、圧力部材または剥離剤供給部材の形を取り得る。典型的には、定着機部材は、銅、アルミニウム、スチール等の中空円筒状金属コアから製造し、上記の選定した硬化フルオロエラストマーの外層を有する。また、必要に応じて、基体と硬化エラストマーの外層の間に1種以上の中間層を存在させ得る。そのような層用の適切な熱的および機械的性質を有する典型的な材料には、シリコンエラストマー、フルオロエラストマー、EPDMおよびテフロン PFAスリーブ付きロールがある。本発明による容量グラフト化は2工程で行い、第1工程は、好ましくはアミンを用いてのフルオロエラストマーの脱フッ化水素を含む。この工程においては、フッ化水素酸を除去して、フルオロエラストマー上に不飽和、即ち、炭素-炭素二重結合を生成させる。第2工程は、水素末端ポリオルガノシロキサンとフルオロエラストマーの炭素-炭素二重結合との触媒ヒドロシラン化反応である。

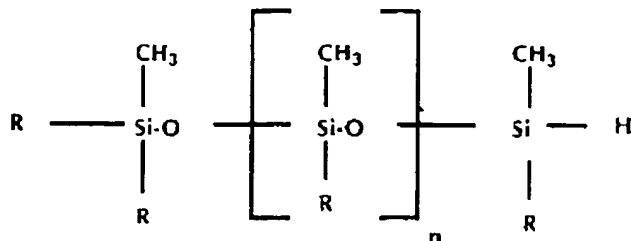
【0016】本発明の実施において有用なフルオロエラストマーは、前出のLentznの米国特許該4,257,699号に詳細に記載されているエラストマー並びに米国特許出願第07/405,392号および第07/516,950号に記載されているエラストマーである。前述したように、これらの特にフッ化ビニリデン、ヘキサフルオロプロピレンおよびテトラフルオロエチレンからのコポリマーおよびターポリマーの群からのフルオロエラストマーは、バイトン(Viton) A、バイトンE、バイトン E60C、バイトン E430、バイトン 910、バイトン GH およびバイトン GF のような種々の表示で商業的に公知である。バイトン表示は、E.I. デュボン社の商品名である。他の商業的に入手し得る材料には、フルオレル(Fluorel) 2170、フルオレル 2174、フルオレル 2176、フルオレル 2177 およびフルオレル LVS 760があり、フルオレルは、3M社の商品名である。さらなる商業的に入手し得る材料には、これも3M社から入手し得るフルオレル II (LII900)、即ち、ポリ(プロピレン-テトラフルオロエチレン-フッ化ビニリデン)並びにモ

ンテエジソン スペシャル ケミカル社から入手し得る FOR-LHF、NM、FOR-THF、FOR-TFS、TS、TN505 として表示されたテクノフロン(Tecnoflon) 類がある。典型的には、これらのフルオロエラストマーを、前出の Lentz 米国特許および米国特許出願第07/405,392号にさらに詳細に記載されているように、オルガノホスホニウム塩促進剤によりビスフェノール架橋剤のような求核性付加硬化系で硬化させる。特に好ましい実施態様においては、フルオロエラストマーは、E.I. デュポン社から入手し得るバイトン GF におけるような比較的少量のフッ化ビ*

※ニリデンを含有するものである。バイトン GF は、2重量%の硬化部位モノマーと共に35重量%のフッ化ビニリデン、34重量%のヘキサフルオロプロピレンおよび29重量%のテトラフルオロエチレンを含む。このものは、通常の脂肪族パーオキサイド硬化剤により一般に硬化させる。

【0017】本発明に従う官能性を有するポリオルガノシロキサンは、下記の式を有する：

【化3】



(式中、Rは、水素、19個未満の炭素原子を有するアルキル、アルケニルまたはアリール、またはアミノ、ヒドロキシ、メルカプトまたは19個未満の炭素原子を有するアルキルまたはアルケニル基で置換したアリール基であり；nは、2～350である。)

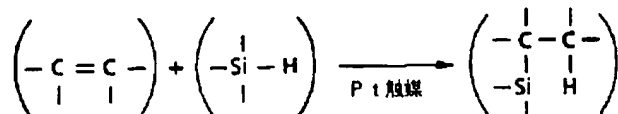
上記式中、典型的なR基には、メチル、エチル、プロピル、オクチル、ビニル、アリル、クロトニル、フェニル、ナフチルおよびフェナントリルがあり、典型的な置換アリール基には、オルソ、メタ及びパラ位置で15個未満の炭素原子を有する低級アルキル基で置換されている。典型的な例には、水素化物末端ポリジメチルシロキサンがある。さらにまた、好ましい実施態様においては、nは、60～80であって、フルオロエラストマー上にグラフトさせるのに十分な反応基の数を与える。

【0018】フルオロエラストマーを攻撃して不飽和を発生させる脱フッ化水素剤は、第1級、第2級および第3級の脂肪族および芳香族アミンからなる群から選ばれ、これらの脂肪族および芳香族基は2～15個の炭素原子を有する。また、2～15個の炭素原子を有する脂肪族および芳香族のジアミンおよびトリアミンもあり、その芳香族基は、ベンゼン、トルエン、ナフタレンまたはアントラセン等であり得る。芳香族ジアミンおよびトリアミンにおいて一般に好ましいのは、芳香族基をオル※40

※ソ、メタおよびパラ位置で置換させることである。典型的な置換基には、エチルアミノ、プロピルアミノおよびブチルアミノのような低級アルキルアミノ基があり、プロピルアミノが好ましい。特定のアミン脱フッ化水素剤には、N-(2-アミノエチル-3-アミノプロピル)-トリメトキシシラン、3-(N-5-スチリルメリル-2-アミノエチルアミノ)プロピルトリメトキシシランヒドロクロリド、および(アミノエチルアミノメチル)フェネルトリメトキシシランがある。他のアジュバント類および充填材類も、フルオロエラストマーの一体性に影響を与えない限り、本発明のエラストマーに含有させ得る。エラストマー類の配合において通常用いるそのような充填材には、着色剤、補強用充填材、架橋剤、加工助剤、促進剤および重合開始剤がある。基体上にフルオロエラストマーのコーティングを行った後、約93℃で2時間、149℃で2時間、約177℃で2時間、208℃で2時間および232℃で16時間の段階硬化処理に供する。

【0019】脱フッ化水素剤はフルオロエラストマー化合物の脱フッ化水素により二重結合を発生させて、水素官能性末端ポリオルガノシロキサンと触媒を加えたとき、ヒドロシラン化反応を開始させる。ヒドロシラン化反応は、一般に下記のように示し得る：

【化4】



SiH 基をフルオロエラストマー内に脱フッ化水素剤により形成させた二重結合に付加させるヒドロシラン化反応用の触媒は、典型的に白金酸群から選ばれ、塩化白金酸およびその複合体のような触媒がある。

【0020】本発明の定着機部材用の基体は、任意の適当な材料を含み得る。典型的には、基体は、剛性と構造

の一体性を維持しかつシリコンエラストマーをコーティングして強固に付着させ得るように選定したアルミニウム、スチールまたはある種のプラスチック材料の円筒状チューブの形である。典型的には、定着機部材は、射出、圧縮またはトランスファー成形により製造し得、あるいは押出し得る。典型的な手順においては、スチール

シリンドーであり得るコアを溶媒で脱脂し、研磨剤クリーナーで浄化し、その後、スプレー、ブラシ掛けまたは浸漬ディッピングし得るダウ コーニング(Dow Corning, 登録商標) 1200のようなプライマーで下塗りし、次いで、周囲条件下で風乾し、さらに、150℃で30分間ベーキングする。シリコンエラストマー中間層は、射出成形および注型のような通常の方法により塗布し得、その後、15分内で120～150℃で硬化させて有意の後硬化操作なしで完全な硬化物とし得る。この硬化操作は、モールドから取り出すときにシリコンエラストマーがコアから剥離しないように実質的に完全であるべきである。そのあと、シリコンエラストマーは、サンダー仕上げしてモールド剥離剤を除去し、イソプロピルアルコールのような溶媒で拭き上げてすべての破片物を除去する。

【0021】定着機部材の外層は、好ましくは、フルオロエラストマーをメチルエチルケトン、メチルブチルケトン等の典型的な溶媒中に溶解させ、次いで、15～60分間45～85℃で攪拌し、その後、ポリオルガノシロキサンと白金触媒とを攪拌させながら30分～10時間45～85℃の温度で加えることによって形成させる。一液の硬化剤系として促進剤(1種以上の第4級アンモニウム塩)と架橋剤のビスフェノール AFを含むバイトン キュレイティブ(Viton Curative) No. 50のような求核性硬化剤をフルオロエラストマー配合物中に予め溶解させた3～7%溶液に加える。最適には、塩基性酸化物である MgOおよびCa(OH)₂を粒状形で溶液混合物に加える。定着機部材の基体上への上記外層の形成は、フルオロエラストマーとポリオルガノシロキサンの均質懸濁液の溶液を約12.5～約125μmのフィルム厚にスプレーまたは浸漬する等によって最も都合良く行い得る。この厚さ範囲は、定着において大きい熱障壁になるのを防止するに十分な薄さでかつ合理的な磨耗寿命を得るに十分な厚さの層を与えるように選定する。型成形、押出、流しコーティングおよび包み込みの各方法も使用し得る別法であるが、溶媒溶液のスプレー連続塗布が好ましい。所望のコーティング厚を得たとき、コーティングを硬化させそれによってロール表面に結合させる。典型的な段階硬化処理は、約93℃で2時間、149℃で2時間、約177℃で2時間、208℃で2時間さらに232℃で16時間加熱することである。

【0022】別の手順においては、溶媒を公知の手段による蒸発により除去し得、必要ならば、残留物をヘキサンのような炭化水素溶媒で洗浄し、さらに、残留物を元の溶媒に再溶解させ次いでキュレイティブ No. 50を添加し、その後、外層を形成させる。低表面エネルギー材料とは、本明細書においては、未充填シリコンゴムの表面エネルギーと同じような20～23ダイン/cm範囲の表面エネルギーを有するものと定義する。グラフトさせたシリコンの低表面エネルギー特性により、フルオ

ロエラストマー表面を湿潤させしかもそれによってその後塗布するシリコン剥離剤との適合性を高めることが必要である。以下の実施例は、本発明により製造した定着機部材をさらに明確にし説明するものであり、本発明の好ましい実施態様を具体的に示す。特に断らない限り、すべての部およびパーセントは重量による。

【0023】

【実施例】

【実施例1】アルミニウム円筒状スリーブを、サンドペーパーで研磨し、脱脂し、研磨剤クリーナーで擦り、十分に水洗した。プライマーのダウ コーニング(Dow Corning) プライマー DC1200 を、厚さ2/10～3/10ミル(5～7.5μm)に塗布し、周囲条件で30分間風乾させ、150℃で30分間ベーキングした。続いて、得られたプライマー処理コアに、ダウ コーニング(Dow Corning) LSR590を厚さ約0.25インチ(6.35mm)に成形させることによって液体射出成形シリコンエラストマーの中間層を塗布した。塗布したシリコンエラストマーを10～15分間150℃で硬化させたが後硬化はさせなかった。金型からロールを取り出した後、金型剥離剤を除去した。水素化シリコングラフト物を次の方法で調製した。

【0024】パートAを、250gのバイトン GFを2.5リットルのメチルエチルケトン(MEK)中に室温で攪拌させながら溶解させることによって調製した。この調製は、4リットルのプラスチックボウルと振動ベースシェーカーを用いて行った。シェーカーの速度にもよるが、溶解を行うのにおよそ1～2時間を要した。次いで、得られた溶液を4リットルのエーレンマイヤーフラスコに移し、25mlのアミン脱フッ化水素剤[N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリメトキシシランヒドロクロリド A1100、ニュージャージー州ビシカタウェイのヒュルス アミリカ社から入手し得る]を加えた。フラスコ内容物を、温度を55～60℃に維持しながら、機械的攪拌機を用いて攪拌した。30分間攪拌後、50mlの100センチストーク水素化官能性末端ポリシロキサン(PS-545)、即ち、水素化末端ポリジメチルシロキサンと塩化白金酸触媒(いずれも、ヒュルス アミリカ社から入手し得る)を加え、攪拌をフラスコ内容物を75℃辺りに加熱しながらさらに4時間続行した。その間に溶液の色は淡黄色に変わり、その後、室温に冷却させた。

【0025】次いで、この溶液に、5gの酸化マグネシウム、2.5gの水酸化カルシウムおよび12.5gのキュレイティブ VC-50(ダウ ケミカル社から入手し得る)とを加えた。次いで、得られた混合物を、媒体としてのセラミック球により17時間ボールミル処理した。混合物をメチルエチルケトンで5リットルに希釈した。この分散液の1部(2リットル以下)を10インチ×14インチ(25.4cm×35.56cm)のスチール基体

〔3ミル(76.2 μ m)厚〕上にスプレーした。乾燥フィルムを基体から剥がすことによって取り出し、以下の加熱手順で硬化させた：93℃で2時間、149℃で2時間、177℃で2時間および208℃で16時間。パーモスコプ(permoscope)で測定したときの硬化フィルムの厚さは16.4ミル(416.6 μ m)であった。インストロン モデル(Instron Model) 1123(標準試験プロトコール ASTM 41)により測定したときの機械的諸性質は、1397 lbs-in/in²(98.22 kg-cm/cm²)の強靱性と294 psi(20.67 kg/cm²)の初期モジュラスを示した。次に、上記分散液の1部(1リットル以下)をテクノフロン(Technoflon) 421中間層を有するアルミニウムスリブ上に1.5ミル(38.1 μ m)の乾燥厚さにスプレーした。次いで、得られたロールを以下の加熱手順で硬化させた：93℃で2時間、149℃で2時間、177℃で2時間さらに208℃で16時間。その後、このロールを室温に冷却させた。ロールは以下のように特性決定した：

【0026】容量グラフト化表面のX線光陽子分光分析による特性決定

表面

1. 表面の調製

容量グラフト化表面をヘキサンまたは90/10のヘキサン/メチルエチルケトン混合溶媒で3~4回連続的に抽出して未反応のフルオロエラストマーとシロキサンを除去した。

2. XPS 特性決定

次いで、上記の抽出表面をX線光陽子分光分析(XPS)により試験して最上部の5~10ナノメートル(nm)表面層の化学組成を得た。その時、表面は2回薄切りにした。このXPS分析は、ポリシロキサンがフルオロエラストマーフィルム中に均一に分布していることを示した。

3. 表面エネルギー特性決定

表面エネルギーは、ニュージャージー州の Rume/Hart社から入手し得るゴニアメーター(Goniometer)により測定したとき23ダイン/cmであった。

【0027】即ち、本発明によれば、多様な用途を有するが、とりわけ、官能性剥離剤の使用または官能性剥離剤と反応して剥離層を形成する定着機部材の移送表面で

の金属含有充填材の存在を必要としない定着装置における、例えば、定着機ロール、供給ロールまたは圧力ロールのような定着機部材としての特定の用途を有する低表面エネルギー材料が提供される。このことは、フルオロエラストマー定着機部材表面と非官能性の通常のシリコン剥離剤の各利点を組み合わせた経済的な定着システムを可能にする。さらに、形成されたケイ素-炭素結合は、酸性および塩基性環境に対して感受性の小さい化学的および熱的に安定な材料を提供する。さらにまた、水素官能性末端ポリオルガノシロキサンはアルケンまたはアルキン末端ポリオルガノシロキサンよりも安価であり、かつヒドロシラン化反応は付加重合反応よりも低温および短時間で進行得る。例えば、本発明の低表面エネルギー材料は、定着機部材として一般に説明してきたけれども、現像剤ロール、中間移送ベルト等のような他の低表面エネルギーでの用途も有する。本発明を特定の好ましい実施態様に関連して説明してきたが、種々の修正および変形が当業者にとって容易であるのは明らかであろう。そのような当業者にとって容易である修正および実施態様は、本願の特許請求の範囲に属するものとする。

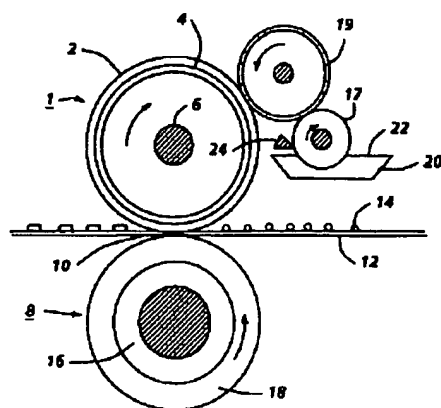
【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の定着機部材を使用し得る定着装置の断面図である。

【符合の説明】

- 1 定着機ロール
- 2 エラストマー表面
- 6 加熱要素
- 8 バックアップロール
- 10 間隙
- 12 コピー紙
- 14 トナー像
- 16 硬質スチールコア
- 17 剥離剤給送ロール
- 18 エラストマー表面
- 19 剥離剤給送ロール
- 20 溜め
- 22 剥離剤
- 24 計量ブレード

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

C 0 9 J 7/02

// B 6 5 H 27/00

識別記号

J K V

庁内整理番号

A

F I

技術表示箇所

(72)発明者 ジョージ ジェイ ヒークス
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14617
ロチェスター オーククレスト ドライ
ヴ 72

(72)発明者 アーノルド ダブリュー ヘンリー
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14534
ピッツフォード ディア クリーク ロ
ード 43

(72)発明者 ディヴィッド エイチ バン
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14625
ロチェスター ウェストフィールド コ
モンズ 10

(72)発明者 ルイス ディー フラタンジェロ
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14450
フェアポート ウィンチェスター ドラ
イヴ 14

(72)発明者 ロバート エム ファーガソン
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14534
ベンフィールド ベンフィールド ロー
ド 2316